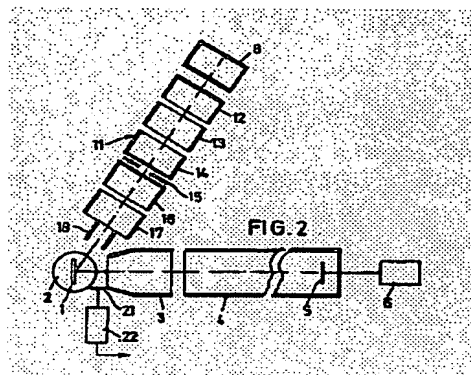


Apparatus for examining a sample

Patent number: DE3144604
Publication date: 1983-05-19
Inventor: POLASCHEGG HANS-DIETRICH DR (DE); WECHSUNG REINER DR (DE)
Applicant: LEYBOLD HERAEUS GMBH & CO KG (DE)
Classification:
- **international:** G01N23/225; H01J37/252; H01J49/14; H01J49/40; G01N23/22; H01J37/252; H01J49/10; H01J49/34; (IPC1-7): G01N27/62
- **European:** G01N23/225; H01J37/252; H01J49/14A; H01J49/40
Application number: DE19813144604 19811110
Priority number(s): DE19813144604 19811110

[Report a data error here](#)**Abstract of DE3144604**

An apparatus for examining a sample by bombarding the sample with primary ions and analysing the secondary ions given off with the aid of a mass spectrometer is equipped with a time-of-flight mass spectrometer (4, 5, 6) known per se and with means for generating either a pulsed primary ion current or a pulsed secondary ion current.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

①⑨ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 31 44 604 A 1**

⑤① Int. Cl. 3:
G 01 N 27/62

②① Aktenzeichen:
②② Anmeldetag:
④③ Offenlegungstag:

P 31 44 604.3
10. 11. 81
19. 5. 83

⑦① Anmelder:
Leybold-Heraeus GmbH, 5000 Köln, DE

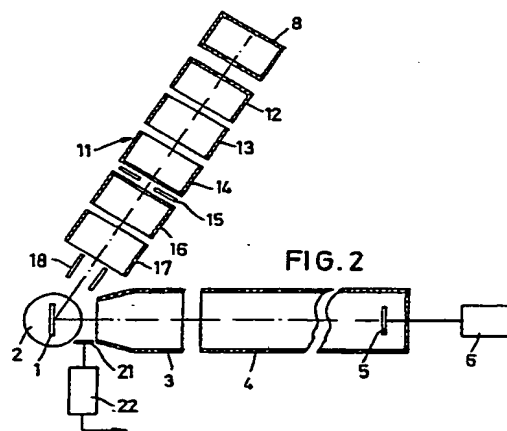
⑦② Erfinder:
Polaschegg, Hans-Dietrich, Dr., 6370 Oberursel, DE;
Wechsung, Reiner, Dr., 5000 Köln, DE

Behördeneigentum

Rechercheantrag gem. § 43 Abs. 1 Satz 1 PatG ist gestellt

⑤④ **Vorrichtung zur Untersuchung einer Probe**

Eine Vorrichtung zur Untersuchung einer Probe durch Beschuß der Probe mit Primär-Ionen und Analyse der ausgelösten Sekundär-Ionen mit Hilfe eines Massenspektrometers ist mit einem an sich bekannten Flugzeitmassenspektrometer (4, 5, 6) und mit Mitteln zur Erzeugung entweder eines gepulsten Primärionenstromes oder eines gepulsten Sekundärionenstromes ausgerüstet. (31 44 604)



DE 31 44 604 A 1

DE 31 44 604 A 1

- Eintrittsöffnung des Flugzeitrohres (4) eine Absaug-
elektrode (3) angeordnet ist.
6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet, daß im
Bereich der Eintrittsöffnung des Flugzeitrohres (4) eine
Elektrode (21) zum Einfang der Sekundärelektronen
angeordnet ist und daß der dadurch erzeugte Impuls zur
Steuerung des Startimpulses des Flugzeitmassenspektro-
meters dient.
7. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch
gekennzeichnet, daß ein weiteres Flugzeit-
rohr (10) für die Erzeugung eines gepulsten Primär-
teilchenstromes vorhanden und zwischen der Ionenquelle (8)
und der Probe (1) angeordnet ist.
8. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch
gekennzeichnet, daß nur ein Flugzeit-
rohr (25) vorgesehen ist, das sowohl der Erzeugung eines
gepulsten Primärteilchenstromes als auch der Massentren-
nung der Sekundärteilchen dient.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch
gekennzeichnet, daß auf dem der Probe (1)
abgewandten Ende des Flugzeitrohres (25) eine von einem
Elektrodenpaar (26, 27) gebildete Weiche zur Ausrichtung
des Primärionenstromes auf die Probe (1) und zur Ablenkung
des Sekundärionenstromes auf die Registriereinrichtung (5)
angeordnet ist.
10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9,
dadurch gekennzeichnet, daß das
bzw. die Flugzeitrohre (4, 10, 25) mit einer oder mehreren
Elektroden (20) zur Ablenkung bzw. Auslastung von im Rohr
driftenden Ionenströmen oder Teilen davon ausgerüstet
sind.

LEYBOLD-HERAEUS GMBH

5

Köln-Bayental

Vorrichtung zur Untersuchung einer Probe.

Die Erfindung bezieht sich auf eine Vorrichtung zur Unter-
10 suchung einer Probe durch Beschuß der Probe mit Primärionen
und Analyse der ausgelösten Sekundärionen mit Hilfe eines
Massenspektrometers (Sekundär-Ionen-Massen-Spektroskopie).

Bei der Sekundär-Ionen-Massen-Spektroskopie (SIMS) werden
15 als Primärionen je nach Anwendung überwiegend Edelgasionen
(vor allem Argon-Ionen), aber auch Ionen reaktiver Gase
(Sauerstoff, Stickstoff) und Alkali-Ionen verwendet. Der
Energiebereich liegt üblicherweise zwischen 200 eV und
20 keV. Von "statischer" SIMS spricht man, wenn für die
Analyse nur ein vernachlässigbarer Teil einer monomolekularen
20 Oberflächenschicht der Probe verbraucht wird, die Analyse
also quasi zerstörungsfrei abläuft. Von "dynamischer" SIMS
wird gesprochen, wenn im Laufe einer Analyse ein wesentlicher
Bruchteil einer Monoschicht bzw. mehrerer Monoschichten
25 von der Oberfläche der Probe abgetragen werden.

Aus der DE-OS 22 55 302 ist eine Einrichtung für die
Sekundär-Ionen-Massen-Spektroskopie bekannt. Als Massen-
analysator dienen ein Quadrupolmassenfilter und ein sich
anschließender Sekundärelektronen-Vervielfacher. Für die
30 Durchführung insbesondere der "statischen" Sekundär-
Ionen-Massen-Spektroskopie ist eine derartige Vorrichtung
nur schlecht geeignet, da die Nachweisempfindlichkeit von
Quadrupolmassenfiltern mit sich anschließenden SEV in der
Größenordnung von 10^{-5} bis 10^{-4} liegt. Der Ersatz des
35 Quadrupolmassenfilters durch z. B. magnetische Sektorfeld-
Massenfilter führt zu keiner wesentlichen Verbesserung, da
die Nachweisempfindlichkeit dieser Einrichtungen nur um
höchstens eine Größenordnung besser ist.

Es ist bekannt, daß Flugzeitmassenspektrometer (Flugzeitrohr
5 mit nachgeordnetem Detektorsystem) eine höhere Nachweis-
empfindlichkeit als die vorgenannten Spektrometer haben.
Flugzeitmassenspektrometer können jedoch nicht ohne weiteres
bei den bekannten SIMS-Vorrichtungen verwendet werden, da sie
kontinuierliche Ionenstrahlen nicht verarbeiten können.

10 Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine
Vorrichtung der eingangs genannten Art mit einer wesentlich
verbesserten Nachweisempfindlichkeit zu schaffen.

Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß als
15 Massenspektrometer ein an sich bekanntes Flugzeitmassen-
spektrometer vorgesehen ist und daß Mittel zur Erzeugung
entweder eines gepulsten Primärionenstromes oder eines
gepulsten Sekundärionenstromes vorhanden sind. Durch diese
Maßnahmen wird erreicht, daß die Sekundär-Massen-Spektrosko-
20 pie mit wesentlich höherer Nachweisempfindlichkeit als bisher
durchgeführt werden kann. Dieser Vorteil ist insbesondere
für die Durchführung der "statischen" SIMS von Bedeutung, da
nur ein kurzer Primärionenpuls ausreicht, um Sekundärionen
aller vorhandenen Massen zu erzeugen und auch gleichzeitig
25 mit Hilfe des Flugzeitmassenspektrometers zu registrieren.
Ionenbilder können quasi statisch und zerstörungsfrei aufge-
nommen werden. Gepulste Sekundärionenströme sind z. B. bei
der Schichtprofilanalyse vorteilhaft. Es wird erreicht, daß
die in einem Spektrum enthaltene Information jeweils nur aus
30 einer sehr dünnen Schicht der Probe stammt und nicht -
wie beim herkömmlichen Massenspektrometer - über eine größere
Schichtdicke verschmiert ist. Dieser Nachteil trat bisher
in starkem Maße bei relativ kleiner Ionisierungsausbeute auf.

35 Gepulste Primär- oder Sekundärionenströme können mit Hilfe
an geeigneter Stelle angeordneten Elektroden (Blenden,
Gitter oder dgl.) erzeugt werden. An diese Elektroden ist
ein das Austasten oder Ablenken bewirkendes Potential zu
legen.

- Eine weitere vorteilhafte Maßnahme im Rahmen der Erfindung
5 liegt darin, daß ein weiteres Flugzeitrohr für die Erzeugung eines gepulsten Primärteilchenstromes vorhanden und zwischen der Ionenquelle und der Probe angeordnet ist. Mit einem derartigen Flugzeitrohr lassen sich massenreine Primärionenimpulse erzeugen.
- 10 Bei Anordnung einer Weiche an dem der Probe abgewandten Ende läßt sich dasselbe Flugzeitrohr sowohl für die Erzeugung von Primärionenimpulsen als auch für die Massentrennung der Sekundärionen verwenden. Für die Austastung der nicht
15 gewünschten Ionenströme bzw. Teilen davon ist das Flugzeitrohr zweckmäßigerweise mit einer oder mehreren Elektroden ausgerüstet, die die Ablenkung oder Austastung erlauben. Solche Elektroden sind z. B. aus der DE-OS 28 48 435 an sich bekannt.
- 20 Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung sollen anhand von in den Figuren 1 und 2 schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen erläutert werden. Vakuumkammern, in denen die Elemente der Ausführungsbeispiele angeordnet sein müssen, sind nicht dargestellt.
- 25 Fig. 1 zeigt eine Anordnung, bestehend aus der zu untersuchenden Probe 1, dem Probenhalter 2 und dem aus den Teilen 4 bis 7 gebildeten Flugzeitmassenspektrometer. Es besteht aus dem Flugzeitrohr 4, dem ein Rohrabschnitt 3
30 zur Probe 1 hin vorgelagert ist. An die Teile 3 und 4 können mit Hilfe des als Block 7 dargestellten Versorgungsgerätes bestimmte Potentiale angelegt werden. Die durch das Flugzeitrohr 4 driftenden Ionen treffen auf den Ionenfänger 5. Als Block 6 ist die sich anschließende Elektronik zur
35 Verarbeitung der entstehenden Impulse dargestellt und bezeichnet.
- Zum Beschuß der Probe 1 mit Primärionen dient das Ionen-
erzeugungssystem 8, das z. B. als Elektronenstoßionenquelle ausgebildet sein kann.

Durchtritt der Ionen. Um einen kurzen Ionenpuls zu
5 bekommen, wird diese Spannung für die Zeitdauer von wenigen
ns verringert, so daß die Ionen durchtreten können.

In Fig. 3 ist eine andere Möglichkeit des Choppens darge-
stellt. Anstelle der Blende 15 sind Elektroden 19 vorge-
10 sehen. Mit Hilfe des dargestellten Elektrodenpaares wird der
Ionenstrahl seitlich abgelenkt oder - zur Bildung eines
kurzzeitigen, auf die Probe gerichteten Ionenpulses -
ungestört durchgelassen.

In Fig. 2 ist zwischen der Probe 1 und dem Flugzeit-
15 massenspektrometer noch eine zusätzliche, seitlich neben
der Achse des Sekundärionenstrahls liegende Elektrode 21
dargestellt, mit deren Hilfe die Eichung des Flugzeit-
massenspektrometers erleichtert werden kann. Die Güte der
Eichung eines Flugzeitmassenspektrometers hängt von der
20 Genauigkeit der Kenntnis des Nullpunktes der Flugzeit-
parabel ab. Würde man den Chopperimpuls an der Elektrode 15
oder 19 als Hilfsmittel für die Festlegung des Nullpunktes
wählen, dann müßte die Laufzeit der Primärionen berück-
sichtigt werden, die von der Energie der Ionen und vom
25 Abstand der Chopperelektrode zur Probe abhängt. Das ist im
Prinzip möglich, aber ungenau, wenn eine Rasterung der
Probe erfolgt, was eine Veränderung des Weges der Primär-
ionen von der Chopperelektrode zur Probe zur Folge hat.

30 Sieht man hingegen die Elektrode 21 vor, dann lassen sich
damit z. B. die beim Ionenbeschuß gleichzeitig zu den
Sekundärionen erzeugten Sekundärelektronen auffangen. Mittels
einer als Block dargestellten Elektronik 22 kann dieser
Impuls verstärkt werden, so daß ein exakter, das Start-
35 signal für das Flugzeitmassenspektrometer bildender Impuls
vorliegt.

Damit der gechoppte Ionenpuls bei den Ausführungsbeispielen
nach den Figuren 2 und 3 nicht zeitlich verschmiert an der
Probe anlangt, ist es notwendig, zumindest die Linse 16, 17
/8

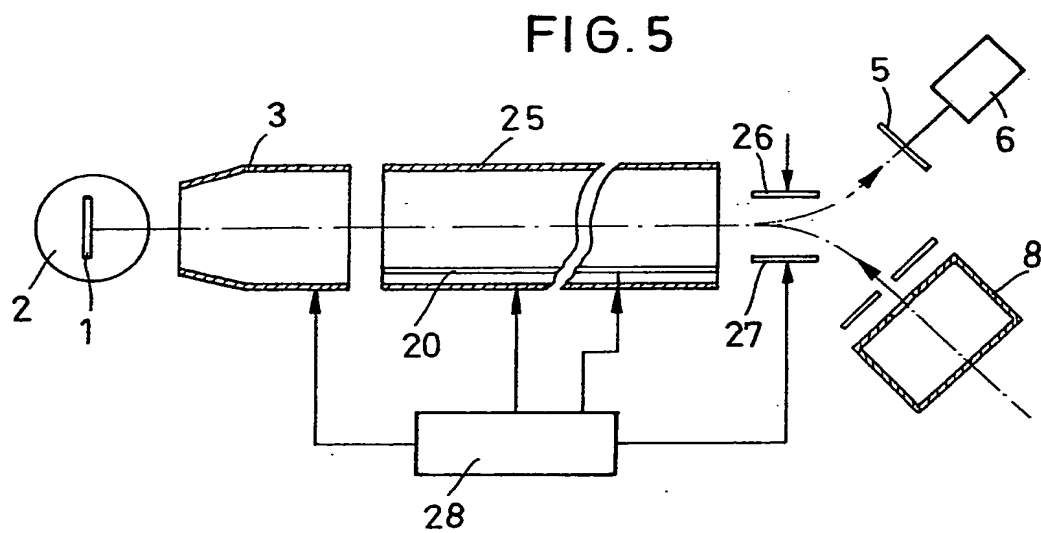
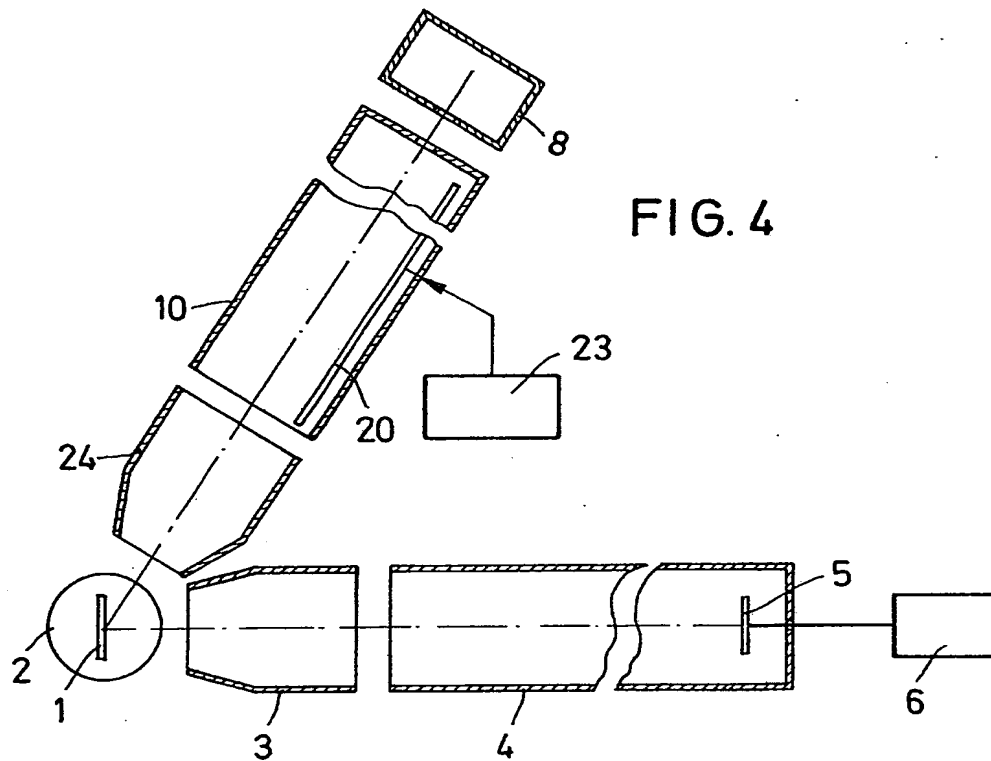
-9-
Leerseite

THIS PAGE BLANK (USPTO)

10-11-11

3144604

- 10 -
- 2 / 2 -



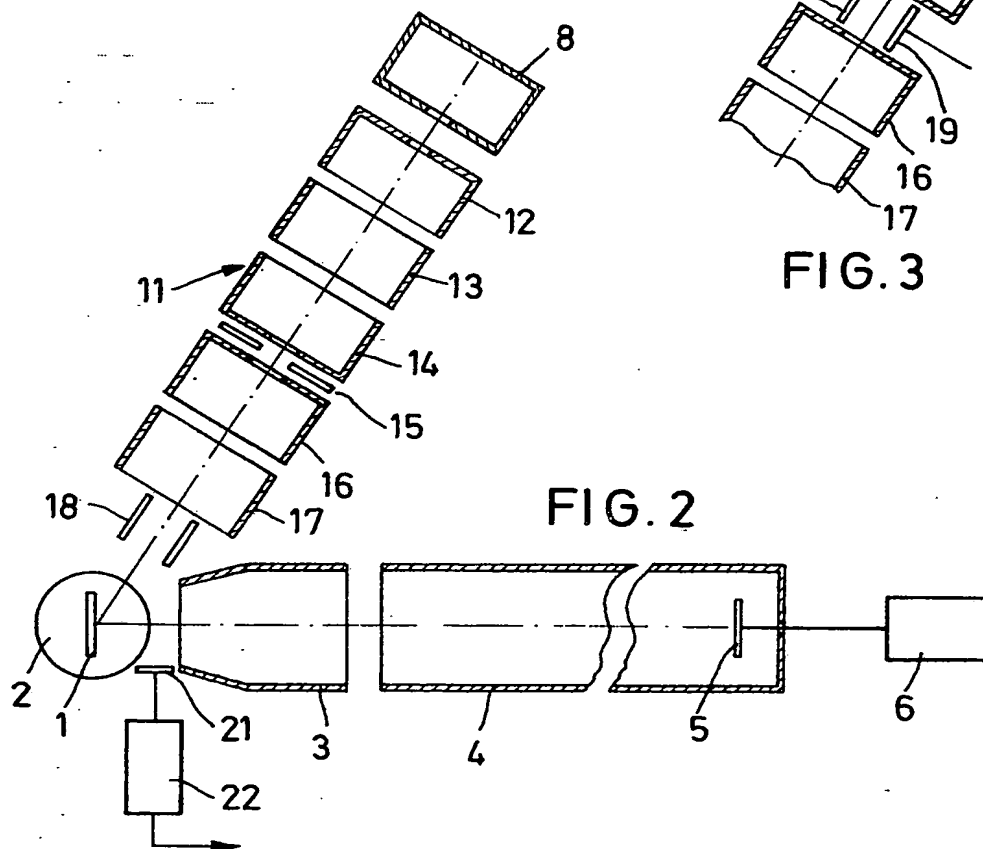
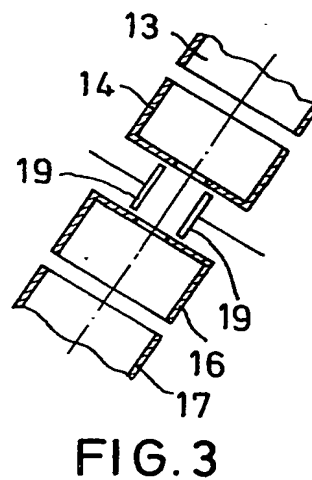
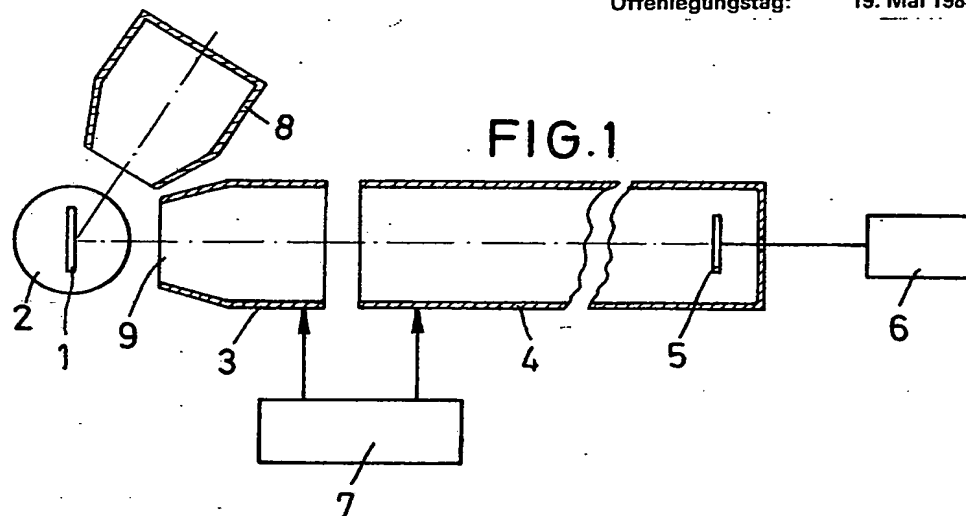
81. 030

3144604

- 11 -
- 1/2 -

Nummer:
Int. Cl.³:
Anmeldetag:
Offenlegungstag:

3144604
G01 N 27/62
10. November 1981
19. Mai 1983



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.